

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-302069

(43)Date of publication of application : 02.11.1999

(51)Int.Cl.

C04B 35/38

H01F 1/34

H01F 19/04

(21)Application number : 10-111971

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 22.04.1998

(72)Inventor : KIGUCHI KATSUYUKI

HIGUCHI YUTAKA

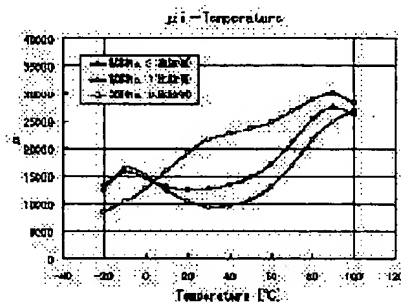
UEDA HITOSHI

(54) HIGH PERMEABILITY MN-ZN-BASED FERRITE AND FERRITE CORE FOR PULSE TRANSFORMER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an Mn-Zn-based ferrite having high μ_i on the lower temp. side ($\geq 20^\circ\text{C}$), maintaining stable magnetic characteristics against a change of the environmental temp. (-10 to $+70^\circ\text{C}$) and suitable for a transformer for communications.

SOLUTION: The Mn-Zn-based ferrite consists of 51-54 mol.% Fe_2O_3 , 20-25 mol.% ZnO and the balance manganese oxide, further contains 0.002-0.04 wt.% Cab, 0.002-0.015 wt.% Sin, and 0.02-0.12 wt.% CoO as subsidiary components and has an initial permeability of $\geq 10,000$ within the temp. range of -20 to 100°C .



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The high permeability Mn-Zn system ferrite which 51-54-mol % and ZnO are [20-25 mol % and the remainder] manganese oxide in a Mn-Zn system ferrite for Fe₂O₃, and CaO is contained 0.002 to 0.04% of the weight, they contain CoO for SiO₂ 0.02 to 0.12% of the weight 0.002 to 0.015% of the weight, and is characterized by the initial permeability in -20-100 degrees C being 10,000 or more as an accessory constituent.

[Claim 2] The high permeability Mn-Zn system ferrite characterized by the rate of degradation of the initial permeability in -20-100 degrees C on the basis of the initial permeability of a secondary peak (difference with the minimum value in a temperature requirement) being less than 40% in the Mn-Zn system ferrite indicated by the claim 1.

[Claim 3] The high permeability Mn-Zn system ferrite which 51-53-mol % and ZnO are [22-25 mol % and the remainder] manganese oxide in a Mn-Zn system ferrite for Fe₂O₃, and SiO₂ is contained for CaO 0.002 to 0.02% of the weight, they contain Bi₂O₃ for CoO 0.01 to 0.06% of the weight 0.06 to 0.09% of the weight 0.002 to 0.010% of the weight, and is characterized by the initial permeability in -20-100 degrees C being 12,000 or more as an accessory constituent.

[Claim 4] The high permeability Mn-Zn system ferrite characterized by the rate of degradation of the initial permeability in -20-100 degrees C on the basis of the initial permeability of a secondary peak (difference with the minimum value in a temperature requirement) being less than 20% in the Mn-Zn system ferrite indicated by the claim 3.

[Claim 5] The high permeability Mn-Zn system ferrite which set the secondary peak as -30-10 degrees C by the temperature characteristic of initial permeability in the Mn-Zn system ferrite indicated by either of the claims 1-4.

[Claim 6] The core for pulse transformers which used the high permeability Mn-Zn system ferrite indicated by either of the claims 1-5.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] Initial permeability (μ_i is called hereafter) of this invention is high at a latus temperature requirement, and it relates to the core for pulse transformers included in communication equipment about the high permeability Mn-Zn system ferrite suitable for using it for cores, such as a transformer for communication.

[0002]

[Description of the Prior Art] The Mn-Zn system ferrite used as cores, such as a transformer for communication, is required to be magnetic properties, such as high permeability, low $\tan \delta / \mu_i$ (relative loss factor), and low disaccommodation (degradation of initial permeability with the passage of time). Recently, in order to obtain the magnetic properties which were stabilized to change of environmental temperature in addition to this, the thing excellent in the temperature characteristic is needed.

[0003] When the transformer for communication was designed until now, in order to fulfill the impedance specification by the side of low temperature (20 degrees C or less), the fall of μ_i by the side of low temperature was considered, and high permeability materials were selected. On the other hand, there are reports (JP, 52-31555, B, JP, 61-43291, B, etc.) which improved the temperature coefficient of μ_i by limitation of principal component composition, or addition of cobalt oxide. However, when μ_i was controlled only by principal component composition, the curve of the temperature characteristic of μ_i was not able to have a big wave, and was not able to obtain high permeability by the latus temperature requirement as a result. Moreover, since μ_i fell when the addition of cobalt oxide increases, a high thing is also about 4,000 and the example used for μ_i 10000 or more high permeability ferrites did not have μ_i .

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] For example, it is CCITT to carry out 20mH reservation of the inductance by the side of the circuit in the pulse transformer used for the S/T point interface of ISDN. It becomes an indispensable condition for filling the impedance mask set to I-430. Here, considering the device used, what is installed in the outdoors or under the eaves like a public telephone or a Data Circuit Terminating Equipment (DSU) can be considered, and the temperature guarantee in -10-70 degrees C is needed at least. However, if initial permeability falls remarkably by the low temperature side (20 degrees C or less) and it designs under this environmental condition, in order to fulfill the impedance specification by the side of low temperature in the case of the conventional high permeability Mn-Zn system ferrite, there was a problem of becoming very inefficient as it said that the number of coils was increased or the material of higher μ_i than required was used.

[0005] the thing of the above [this invention] -- taking an example -- a latus temperature requirement -- high -- it aims at obtaining a permeability Mn-Zn system ferrite or moreover obtaining a Mn-Zn system ferrite with the small rate of degradation of permeability with high permeability by the latus temperature requirement

[0006]

[Means for Solving the Problem] In a Mn-Zn system ferrite, Fe₂O₃ is [the 20-25 mol % and remainder of this invention] manganese oxide, as an accessory constituent, CaO is contained 0.002 to 0.04% of the weight, they contain CoO for SiO₂ 0.02 to 0.12% of the weight 0.002 to 0.015% of the weight, and 51-54-mol % and ZnO are the high permeability Mn-Zn system ferrite to which μ_i in -20-100 degrees C is characterized by being 10,000 or more.

[0007] Moreover, this invention is a high permeability Mn-Zn system ferrite characterized by the rate of degradation of μ_i in -20-100 degrees C on the basis of μ_i of a secondary peak (difference with the minimum value in a temperature requirement) being less than 40% in the above-mentioned Mn-Zn system ferrite.

[0008] For Fe₂O₃, in a Mn-Zn system ferrite, 51-53-mol % and ZnO are [the 22-25 mol % and remainder of this invention] manganese oxide. moreover, as an accessory constituent For CaO SiO₂ 0.002 to 0.02% of the weight 0.002 - 0.010 % of the weight, It is the high permeability Mn-Zn system ferrite which contains Bi₂O₃ for CoO 0.01 to 0.06% of the weight 0.06 to 0.09% of the weight, and is characterized by μ_i in -20-100 degrees C being 12,000 or more.

[0009] Moreover, this invention is a high permeability Mn-Zn system ferrite characterized by the rate of degradation of μ_i in -20-100 degrees C on the basis of μ_i of a secondary peak (difference with the minimum value in a temperature requirement) being less than 20% in the above-mentioned Mn-Zn system ferrite.

[0010] Moreover, this invention is the high permeability Mn-Zn system ferrite which the secondary peak set as -30-10 degrees C by the temperature characteristic of μ_i in the above-mentioned Mn-Zn system ferrite.

[0011] Moreover, this invention is the core for pulse transformers which used the above-mentioned high permeability Mn-Zn system ferrite.

[0012]

[Embodiments of the Invention] In this invention, the reason which limited principal component composition In the composition field where Fe 2O3 exceeds less than [51 mol %] or 54-mol %, and the composition field in which ZnO exceeds less than [20 mol %] or 25-mol % A secondary peak cannot be set as -30-10 degrees C, and $\mu_{10,000}$ or more cannot be obtained. In the composition field where Fe 2O3 exceeds less than [51-mol-%]-or-53-mol-%, and the composition field in which ZnO exceeds less than [22 mol %] or 25-mol %, a secondary peak cannot be set as -30-10 degrees C, and $\mu_{12,000}$ or more cannot be obtained. Moreover, in the composition field in which ZnO exceeds 25-mol %, since Curie temperature becomes 100 degrees C or less, $\mu_{10,000}$ or more and $\mu_{12,000}$ or more high permeability Mn-Zn system ferrites.

[0013] The reason which limited the accessory constituent is explained in this invention. If SiO2 exceeds 0.04% of the weight and CoO exceeds [CaO] 0.12 % of the weight 0.015% of the weight, $\mu_{10,000}$ will fall remarkably. Moreover, when CoO is less than 0.02 % of the weight, the rate of degradation of $\mu_{10,000}$ in -20-100 degrees C on the basis of $\mu_{10,000}$ of a secondary peak (difference with the minimum value in a temperature requirement) is large, and the addition effect is scarce. Therefore, if out of range, it is because $\mu_{10,000}$ in -20-100 degrees C cannot obtain 10,000 or more high permeability Mn-Zn system ferrites.

[0014] Moreover, when 0.002 - 0.010 % of the weight and CoO are [CaO / 0.06 - 0.09 % of the weight and Bi 2O3] 0.01 - 0.06 % of the weight for 0.002 - 0.02 % of the weight, and SiO2, $\mu_{10,000}$ in -20-100 degrees C on the basis of $\mu_{10,000}$ of a secondary peak is high, and the rate of degradation of $\mu_{10,000}$ (difference with the minimum value in a temperature requirement) decreases, and the addition effect is remarkable. In addition, if Bi 2O3 exceeds 0.06 % of the weight, generating and $\mu_{10,000}$ of unusual grain growth will fall. Therefore, $\mu_{10,000}$ in -20-100 degrees C can obtain 12,000 or more high permeability Mn-Zn system ferrites by limiting to this range.

[0015] In this invention, it is desirable to set a secondary peak as -30-10 degrees C by the temperature characteristic of $\mu_{10,000}$. Since, as for this reason, the curve of the temperature characteristic of $\mu_{10,000}$ has a big wave when it separates in a low temperature side from the range of the above [a secondary peak], - If Minimum Value of $\mu_{10,000}$ in 20-100 Degrees C Becomes Very Low and Secondary Peak Separates in Elevated-Temperature Side from the Above-mentioned Range $\mu_{10,000}$ in the degree range of low temperature of 20 degrees C or less becomes low especially, and $\mu_{10,000}$ in -20-100 degrees C is because 10,000 or more and $\mu_{10,000}$ cannot obtain 12,000 or more high permeability Mn-Zn system ferrites.

[0016] The conventional high permeability Mn-Zn system ferrite had the remarkable fall of $\mu_{10,000}$ at the low temperature side (20 degrees C or less), by the transformer for communication as which the magnetic properties stabilized to change (-20-80 degrees C) of environmental temperature are required, considered the fall of $\mu_{10,000}$ and had selected a high material of $\mu_{10,000}$ more than required. However, the initial permeability in -20-100 degrees C was made or more into 10,000 by this invention, or the efficient transformer design was attained by making the initial permeability in -20-100 degrees C into 12,000 or more high permeability Mn-Zn system ferrites.

[0017] this invention -- above -- a latus temperature requirement -- high -- by using a permeability Mn-Zn system ferrite, even if environmental temperature changes, an original performance can be demonstrated, and the cost cut by curtailment of the number of coils and the pulse transformer formed into the small thin shape are obtained

[0018]

[Example] Below, the example of the Mn-Zn system ferrite concerning this invention is explained in detail.

Example 1 Fe 2O3 52.2-mol%, MnO (Mn 3O4 is used) 23.8-mol% and ZnO 24.0-mol% was made into the principal component, the raw material which shows CaO (CaCO3 is used), SiO2, and CoO in Table 1 at this and which carries out quantity content was produced, temporary quenching of this was carried out at 850 degrees C into air for 2 hours, and preferential grinding was carried out with the ball mill for 8 hours. The 1wt% binder (polyvinyl alcohol) was added to this to the raw material, and the granulation which corned and carried out the particle size regulation in the spray dryer was fabricated by moulding pressure 2 ton/cm2 in the shape of toroidal one using a dry type compacting machine and metal mold. This Plastic solid was calcinated at the burning temperature of 1400 degrees C, and 1% of oxygen tension, and the minimum value of $\mu_{10,000}$ (23 degrees C) of the obtained core and $\mu_{10,000}$ in -20-100 degree C, the rate of degradation of $\mu_{10,000}$ on the basis of secondary peak value, secondary peak temperature (Ts), and Curie temperature (Tc) were measured. This result is shown in Table 1. In addition, the thing of this range considered as the example at the remarks column of Table 1, and the thing of this invention out of range was taken as the example of comparison.

[0019]

[Table 1]

試料 No.	組成成分 (wt%)				$\mu_{10,000}$		劣化率 (%)	Ts [°C]	Tc [°C]	備考
	CaO	SiO2	CoO	Bi2O3	20°C	最小値				
1	0.020	0.010	0.020	0	18200	10100	36	10	120	実施例
2	0.020	0.010	0.030	0	13600	11000	35	2	120	実施例
3	0.020	0.010	0.050	0	12600	12800	19	-9	120	実施例
4	0.020	0.010	0.060	0	11600	11600	18	-16	120	実施例
5	0.020	0.010	0.120	0	10800	10700	21	-30	120	実施例
6	0.002	0.005	0.050	0	13700	13200	25	-7	120	実施例
7	0.010	0.005	0.050	0	13000	12800	18	-8	120	実施例
8	0.040	0.002	0.050	0	10800	10700	16	-11	120	実施例
9	0.002	0.015	0.050	0	10500	10300	22	-7	120	実施例
10	0.020	0.010	0	0	20200	8500	61	30	120	比較例
11	0.020	0.010	0.150	0	10100	8600	26	-40	120	比較例
12	0.030	0.002	0.050	0	8500	8300	20	-14	120	比較例
13	0.002	0.020	0.050	0	10000	8100	36	-5	120	比較例

[0020] $\mu_{10,000}$ [in / -20-100 degrees C / in the example of this invention] was 10,000 or more as Table 1 showed. Moreover, the rate of degradation of $\mu_{10,000}$ on the basis of secondary peak value is also 40% or less, and the rate of degradation of the example of

this invention is also small. On the other hand, in each example of comparison, CoO is 0wt%, sample No.10 have the minimum value of μ as low as 8500, and its rate of degradation is also as large as 61%. Sample No.11 have much CoO as 0.15wt(s)%, sample No.12 have much CaO as 0.05wt(s)%, sample No.13 have much SiO₂ as 0.02wt(s)%, and, in all, μ is low.

[0021] The raw material with principal component composition as shows example 2Fe 2O₃, and MnO (Mn 3O₄ is used) and ZnO in Table 2 was mixed, and temporary-quenching-of this was carried out at 850 degrees C into air for 2 hours. The raw material which adds and carries out quantity content was produced so that CoO as shown in Table 2 might be contained 0.020 % of the weight (CaCO₃ is used) of CaO(s), and SiO₂ 0.010% of the weight, temporary quenching of this was carried out at 850 degrees C into air for 2 hours, and preferential grinding was carried out to this with the ball mill for 8 hours. The 1wt% binder (polyvinyl alcohol) was added to this to the raw material, and the granulation which corned and carried out the particle size regulation in the spray dryer was fabricated by moulding pressure 2 ton/cm² in the shape of toroidal one using a dry type compacting machine and metal mold. This Plastic solid was calcinated at the burning temperature of 1400 degrees C, and 1% of oxygen tension, and the minimum value of μ (23 degrees C) of the obtained core and μ in -20-100 degree C, the rate of degradation of μ on the basis of secondary peak value, secondary peak temperature (Ts), and Curie temperature (Tc) were measured. This result is shown in Table 2.

[0022]

[Table 2]

試料 No.	主成分組成 (mol%)					μ		劣化率 [%]	T _s [°C]	T _c [°C]	備考
	Fe ₂ O ₃	MnO	ZnO	CoO	CaO	23°C	最小値				
14	52.0	23.0	25.0	0.060	0	14500	12200	19	-5	110	実施例
15	32.3	26.2	21.0	0.060	0	11800	10300	36	-10	145	実施例
16	53.2	27.6	19.0	0.060	0	8800	8000	42	-12	165	比較例
17	52.6	23.4	24.0	0	0	10000	8400	43	-8	120	比較例

* Znの0が25.5mol%を越えるとT_cが100°C以下となるため、範囲外となる。

[0023] μ [in / -20-100 degrees C / in the example of this invention] was 10,000 or more as shown in Table 2. Moreover, the rate of degradation of μ on the basis of secondary peak value is also 40% or less, and the rate of degradation of the example of this invention is also small. On the other hand, ZnO is 19-mol %, sample No.16 have low μ , and the rate of degradation of each example of comparison is also as large as 42%. CoO is 0wt%, sample No.17 have the low minimum value of μ , and its rate of change is also as large as 43%.

[0024] Moreover, the temperature characteristic of sample No.3 (example), sample No.17 (example of comparison), and μ of sample No.10 (example of comparison) is shown in drawing 1. The example of this invention has high μ at a latus temperature requirement (-20-100 degrees C) as this drawing 1 also shows, and the core suitable for the pulse transformer for which the temperature guarantee in -10-70 degrees C is needed by operating-environment conditions can be obtained. That is, although the conventional high permeability material has the temperature characteristic like sample No.10 and the field 20 degrees C or more showed high permeability, when it was on the 20-degree-C or less, especially minus side, μ was falling extremely. In order to improve this, the composition for which the temperature of the secondary peak of μ was moved to the minus side is sample No.17. Thus, μ by the side of minus can be raised by changing composition. However, in these sample No.17, the wave (change by temperature) of μ was conversely large, and μ was falling remarkably near 20 degrees C - 40 degree C. On the other hand, in this invention, it is a minus side, and μ near 20 degrees C - 40 degree C can be raised, maintaining high permeability. And high permeability (10,000 or more and 12,000 or more) has been obtained by the latus temperature requirement, and the rate of degradation is also a few outstanding material.

[0025] Example 3Fe 2O₃ 52.2-mol%, MnO (Mn 3O₄ is used) 23.8-mol% and ZnO 24.0-mol% was made into the principal component, the raw material which shows CaO (CaCO₃ is used), SiO₂, CoO, and Bi 2O₃ in Table 3 at this and which carries out quantity content was produced, temporary quenching of this was carried out at 850 degrees C into air for 2 hours, and preferential grinding was carried out with the ball mill for 8 hours. The 1wt% binder (polyvinyl alcohol) was added to this to the raw material, and the granulation which corned and carried out the particle size regulation in the spray dryer was fabricated by moulding pressure 2 ton/cm² in the shape of toroidal one using a dry type compacting machine and metal mold. This Plastic solid was calcinated at the burning temperature of 1400 degrees C, and 1% of oxygen tension, and the minimum value of μ (23 degrees C) of the obtained core and μ in -20-100 degree C, the rate of degradation of μ on the basis of secondary peak value, secondary peak temperature (Ts), and Curie temperature (Tc) were measured. This result is shown in Table 3.

[0026]

[Table 3]

試料 No.	主成分組成 (mol%)					μ		劣化率 [%]	T _s [°C]	T _c [°C]	備考
	Fe ₂ O ₃	MnO	ZnO	CoO	Bi ₂ O ₃	23°C	最小値				
17	0.020	0.010	0.050	0.010	0	12800	12000	17	-10	120	実施例
18	0.020	0.010	0.050	0.020	0	13200	12800	17	-9	120	実施例
19	0.020	0.010	0.050	0.030	0	12300	12200	14	-16	120	実施例
20	0.020	0.010	0.050	0.040	0	13800	13000	18	-11	120	実施例
21	0.020	0.010	0.050	0.060	0	14400	13800	20	-10	120	実施例
22	0.020	0.010	0.050	0.080	0	11000	8300	30	0	120	比較例

[0027] μ [in / -20-100 degrees C / in the example of this invention] was 12,000 or more as shown in Table 3. Moreover, the rate of degradation of μ on the basis of secondary peak value is also 20% or less, and the rate of degradation of the example of this invention is also small. Thus, the example of this invention has the extremely excellent property. On the other hand, Bi 2O₃ is 0.08wt(s)%, and the example of comparison (sample No.22) has low μ , and is large. [of the rate of degradation]

[0028] The raw material with principal component composition as shows example 4Fe 2O₃, and MnO (Mn 3O₄ is used) and ZnO in Table 4 was mixed, and temporary quenching of this was carried out at 850 degrees C into air for 2 hours. To this, they

are 0.020 % of the weight (CaCO₃ is used) of CaO(s), and SiO₂. 0.010 % of the weight, Bi₂O₃ The raw material which adds and carries out quantity content was produced so that CoO as shown in Table 4 might be contained 0.020% of the weight, temporary quenching of this was carried out at 850 degrees C into air for 2 hours, and preferential grinding was carried out with the ball mill for 8 hours. The 1wt% binder (polyvinyl alcohol) was added to this to the raw material, and the granulation which corned and carried out the particle size regulation in the spray-dryer was fabricated by moulding pressure 2 ton/cm² in the shape of toroidal one using a dry type compacting machine and metal mold. This Plastic solid was calcinated at the burning temperature of 1400 degrees C, and 1% of oxygen tension, and the minimum value of μ_i (23 degrees C) of the obtained core and μ_i in -20-100 degree C, the rate of degradation of μ_i on the basis of secondary peak value, secondary peak temperature (Ts), and Curie temperature (Tc) were measured. This result is shown in Table 4.

[0029]

[Table 4]

試料 No.	重量分組成 (wt%)				μ_i		劣化率 [%]	T _g [°C]	T _c [°C]	備考
	Fe ₂ O ₃	MnO	ZnO	CoO	23°C	最小値				
23	51.8	23.2	25.0	0.98	14000	13800	15	-15	120	実施例
24	52.0	24.4	23.0	0.97	12700	12400	18	-13	130	実施例
25	53.0	25.0	22.0	0.96	12200	12000	18	-12	140	実施例

[0030] μ_i [in / -20-100 degrees C / in the example of this invention] was 12,000 or more as shown in Table 4. Moreover, the rate of degradation of μ_i on the basis of secondary peak value is also 20 or less, and the rate of degradation of the example of this invention is also small. Thus, the example of this invention has the extremely excellent property.

[0031] According to this invention, the initial permeability in -20-100 degrees C can obtain 10,000 or more high permeability Mn-Zn system ferrites, and can obtain a high permeability Mn-Zn system ferrite with small degradation of the permeability of less than 40% in the rate of degradation of the initial permeability in -20-100 degrees C on the basis of the initial permeability of a secondary peak (difference with the minimum value in a temperature requirement) in the Mn-Zn system ferrite further.

[0032] Moreover, according to this invention, the initial permeability in -20-100 degrees C can obtain 12,000 or more high permeability Mn-Zn system ferrites, and the rate of degradation of the initial permeability in -20-100 degrees C on the basis of the initial permeability of a secondary peak (difference with the minimum value in a temperature requirement) can obtain the very small high permeability Mn-Zn system ferrite of degradation of the permeability of less than 20% in the Mn-Zn system ferrite further.

[0033] Thus, when it uses as a core for pulse transformers which it is high permeability in a latus temperature requirement (-20-100 degrees C), and degradation of the permeability within the temperature requirement is moreover also a few outstanding material, for example, is included in communication equipment according to this invention, the outstanding pulse transformer can be obtained. That is, a high impedance is securable under a harsh environment. And the outstanding pulse transformer can be obtained, without increasing the number of coils and enlarging a core.

[0034]

[Effect of the Invention] according to this invention -- a latus temperature requirement (-20-100 degrees C) -- high -- a permeability Mn-Zn system ferrite can be obtained Moreover, it is not necessary to change (-10-70 degrees C) of environmental temperature to consider the fall of μ_i by the side of low temperature (20 degrees C or less) like before, and to select a high material of μ_i more than required, the curtailment of cost and the miniaturization of a transformer by the number of coils are attained, and the core for pulse transformers which used the high permeability Mn-Zn ferrite concerning this invention can acquire the extremely excellent effect.

[Translation done.]

特開平11-302069

(43) 公開日 平成11年(1999)11月2日

(51) Int.Cl.⁹

識別記号

F I

C 0 4 B 35/38

C 0 4 B 35/38

Z

H 0 1 F 1/34

H 0 1 F 1/34

B

19/04

19/04

U

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平10-111971

(22) 出願日

平成10年(1998)4月22日

(71) 出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都港区芝浦一丁目2番1号

(72) 発明者 城口 勝之

鳥取県鳥取市南栄町70番地2号日立金属株式会社鳥取工場内

(72) 発明者 樋口 豊

鳥取県鳥取市南栄町70番地2号日立金属株式会社鳥取工場内

(72) 発明者 上田 等

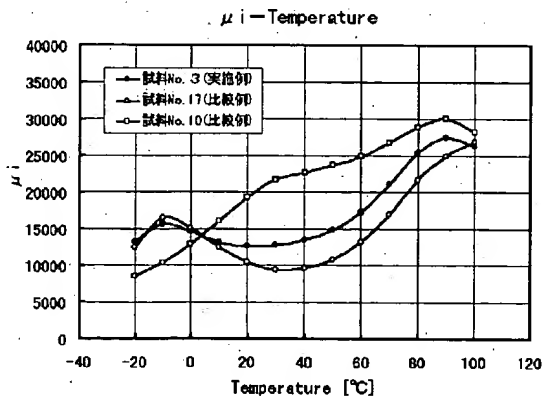
鳥取県鳥取市南栄町70番地2号日立金属株式会社鳥取工場内

(54) 【発明の名称】 高透磁率Mn-Zn系フェライト及びバラストランス用磁心

(57) 【要約】

【課題】 低温側(20℃以下)で高い μ_i の有し、環境温度の変化(-10~70℃)に対して安定した磁気特性の通信用トランスに適したMn-Zn系フェライトを提供する。

【解決手段】 Fe_2O_3 が51~54モル%、 ZnO が20~25モル%、残部が酸化マンガであり、副成分として、 CaO を0.002~0.04重量%、 SiO_2 を0.002~0.015重量%、 CoO を0.02~0.12重量%含有し、-20~100℃における初透磁率が10,000以上である高透磁率Mn-Zn系フェライト。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 Mn-Zn系フェライトにおいて、 Fe_2O_3 が51～54モル%、ZnOが20～25モル%、残部が酸化マンガンをあり、副成分として、CaOを0.002～0.04重量%、 SiO_2 を0.002～0.015重量%、CoOを0.02～0.12重量%含有し、-20～100℃における初透磁率が10,000以上であることを特徴とする高透磁率Mn-Zn系フェライト。

【請求項2】 請求項1に記載されるMn-Zn系フェライトにおいて、セカンダリーピークの初透磁率を基準とした-20～100℃における初透磁率の劣化率（温度範囲内の最小値との差）が40%以内であることを特徴とする高透磁率Mn-Zn系フェライト。

【請求項3】 Mn-Zn系フェライトにおいて、 Fe_2O_3 が51～53モル%、ZnOが22～25モル%、残部が酸化マンガンをあり、副成分として、CaOを0.002～0.02重量%、 SiO_2 を0.002～0.010重量%、CoOを0.06～0.09重量%、 Bi_2O_3 を0.01～0.06重量%含有し、-20～100℃における初透磁率が12,000以上であることを特徴とする高透磁率Mn-Zn系フェライト。

【請求項4】 請求項3に記載されるMn-Zn系フェライトにおいて、セカンダリーピークの初透磁率を基準とした-20～100℃における初透磁率の劣化率（温度範囲内の最小値との差）が20%以内であることを特徴とする高透磁率Mn-Zn系フェライト。

【請求項5】 請求項1～4のいずれかに記載されるMn-Zn系フェライトにおいて、初透磁率の温度特性でセカンダリーピークを-30～10℃に設定した高透磁率Mn-Zn系フェライト。

【請求項6】 請求項1～5のいずれかに記載される高透磁率Mn-Zn系フェライトを使用したパルストランス用磁心。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、広い温度範囲で初透磁率（以下、 μ_i と称す）が高く、通信用トランス等の磁心に使用するのに適した高透磁率Mn-Zn系フェライトに関するものであり、また通信機器に組み込まれるパルストランス用磁心に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 通信用トランス等の磁心として用いられるMn-Zn系フェライトには、高透磁率、低 $\tan\delta/\mu_i$ （相対損失係数）、低ディスアコモデーション（初透磁率の経時劣化）等の磁気特性であることが要求される。最近では、これに加えて環境温度の変化に対して安定した磁気特性を得るため、温度特性が優れたものが必要とされている。

【0003】これまで、通信用トランスを設計する場合、低温側（20℃以下）でのインピーダンス規格を満たすために低温側での μ_i の低下を加味して高透磁率材料が選定されていた。一方、主成分組成の限定や酸化コバルトの添加により、 μ_i の温度係数を改良した報告（特公昭52-31555、特公昭61-43291など）がある。しかしながら、主成分組成のみで μ_i をコントロールした場合、 μ_i の温度特性のカーブが大きくなるねりを持ち、結果的に広い温度範囲で高透磁率を得ることが出来なかった。また、酸化コバルトは添加量が増すことにより μ_i が低下するため、 μ_i が高いものでも4,000程度であり、 μ_i 10000以上の高透磁率フェライトに使用された例はなかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 例えば、ISDNのS/T点インターフェースに使用されるパルストランスでは、その回線側のインダクタンスを20mH確保することが、CCITT I-430に定めるインピーダンスマスクを満たすための必須条件となる。ここで、その使用される機器を考えると、公衆電話や回線終端装置（DSU）のように屋外や軒下に設置されるものが考えられ、少なくとも-10～70℃における温度保証が必要となる。ところが、従来の高透磁率Mn-Zn系フェライトの場合、低温側（20℃以下）で初透磁率が著しく低下し、この環境条件下で設計すると低温側でのインピーダンス規格を満たすために、巻線数を増やしたり、必要以上に高い μ_i の材料を用いるといったように非常に非効率になるという問題があった。

【0005】本発明は、上記の事を鑑みて、広い温度範囲で高透磁率なMn-Zn系フェライトを得ること、または広い温度範囲で高透磁率でしかも透磁率の劣化率の小さいMn-Zn系フェライトを得ることを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は、Mn-Zn系フェライトにおいて、 Fe_2O_3 が51～54モル%、ZnOが20～25モル%、残部が酸化マンガンをあり、副成分として、CaOを0.002～0.04重量%、 SiO_2 を0.002～0.015重量%、CoOを0.02～0.12重量%含有し、-20～100℃における μ_i が10,000以上であることを特徴とする高透磁率Mn-Zn系フェライトである。

【0007】また本発明は、上記Mn-Zn系フェライトにおいて、セカンダリーピークの μ_i を基準とした-20～100℃における μ_i の劣化率（温度範囲内の最小値との差）が40%以内であることを特徴とする高透磁率Mn-Zn系フェライトである。

【0008】また本発明は、Mn-Zn系フェライトにおいて、 Fe_2O_3 が51～53モル%、ZnOが22～25モル%、残部が酸化マンガンをあり、副成分とし

て、CaOを0.002~0.02重量%、SiO₂を0.002~0.010重量%、CoOを0.06~0.09重量%、Bi₂O₃を0.01~0.06重量%含有し、-20~100℃における μ_i が12,000以上であることを特徴とする高透磁率Mn-Zn系フェライトである。

【0009】また本発明は、上記Mn-Zn系フェライトにおいて、セカンダリーピークの μ_i を基準とした-20~100℃における μ_i の劣化率（温度範囲内の最小値との差）が20%以内であることを特徴とする高透磁率Mn-Zn系フェライトである。

【0010】また本発明は、上記したMn-Zn系フェライトにおいて、 μ_i の温度特性でセカンダリーピークが-30~10℃に設定した高透磁率Mn-Zn系フェライトである。

【0011】また本発明は、上記した高透磁率Mn-Zn系フェライトを使用したパルストランス用磁心である。

【0012】

【発明の実施の形態】 本発明において、主成分組成を限定した理由は、Fe₂O₃が51モル%未満、または54モル%を越える組成領域、およびZnOが20モル%未満、または25モル%を越える組成領域では、セカンダリーピークを-30~10℃に設定して μ_i 10,000以上を得ることが出来ず、Fe₂O₃が51モル%未満、または53モル%を越える組成領域、およびZnOが22モル%未満、または25モル%を越える組成領域では、セカンダリーピークを-30~10℃に設定して μ_i 12,000以上を得ることが出来ない。また、ZnOが25モル%を越える組成領域ではキュリー温度が100℃以下となるため、-20~100℃における μ_i が10,000以上、または μ_i が12,000以上の高透磁率Mn-Zn系フェライトを得られないためである。

【0013】本発明において、副成分を限定した理由について説明する。CaOが0.04重量%、SiO₂が0.015重量%、CoOが0.12重量%を越えると μ_i が著しく低下してしまう。また、CoOが0.02重量%未満の場合は、セカンダリーピークの μ_i を基準とした-20~100℃における μ_i の劣化率（温度範囲内の最小値との差）が大きく、添加効果が乏しい。よって、範囲外では-20~100℃における μ_i が10,000以上の高透磁率Mn-Zn系フェライトを得られないためである。

【0014】また、CaOが0.002~0.02重量%、SiO₂が0.002~0.010重量%、CoOが0.06~0.09重量%、Bi₂O₃が0.01~0.06重量%の場合は、セカンダリーピークの μ_i を基準とした-20~100℃における μ_i が高く、かつ μ_i の劣化率（温度範囲内の最小値との差）が少なく

なり添加効果が著しい。なお、Bi₂O₃が0.06重量%を越えると異常粒成長の発生や μ_i が低下してしまう。よって、この範囲に限定することにより、-20~100℃における μ_i が12,000以上の高透磁率Mn-Zn系フェライトを得られるものである。

【0015】本発明において、 μ_i の温度特性でセカンダリーピークを-30~10℃に設定することが好ましい。この理由は、セカンダリーピークが上記の範囲より低温側に外れると、 μ_i の温度特性のカーブが大きくなりをもつため、-20~100℃における μ_i の最小値が極めて低くなり、またセカンダリーピークが上記の範囲より高温側に外れると、特に20℃以下の低温度範囲での μ_i が低くなり、-20~100℃における μ_i が10,000以上、または μ_i が12,000以上の高透磁率Mn-Zn系フェライトを得られないためである。

【0016】従来の高透磁率Mn-Zn系フェライトは、低温側（20℃以下）で μ_i の低下が著しく、環境温度の変化（-20~80℃）に対して安定した磁気特性が要求される通信用トランスでは、 μ_i の低下を加味して必要以上に μ_i の高い材料を選定していた。しかし、本発明により-20~100℃における初透磁率を10,000以上とする、または-20~100℃における初透磁率を12,000以上の高透磁率Mn-Zn系フェライトとすることにより、効率的なトランス設計が可能となった。

【0017】本発明は、上記のように広い温度範囲で高透磁率なMn-Zn系フェライトを使用することにより、環境温度が変化しても本来の性能を発揮でき、巻線数の削減によるコストダウンや小型薄型化したパルストランスが得られるものである。

【0018】

【実施例】以下に、本発明に係わるMn-Zn系フェライトの実施例を詳細に説明する。

実施例1

Fe₂O₃ 52.2mol%、MnO(Mn₃O₄を使用) 23.8mol%、およびZnO 24.0mol%を主成分とし、これにCaO(CaCO₃を使用)、SiO₂、CoOを表1に示す分量含有する原料を作製、これを空气中において850℃で2時間仮焼し、ボールミルにて8時間混合粉碎した。これに原料に対して1wt%のバインダ（ポリビニルアルコール）を加え、スプレードライヤにて造粒し、整粒した顆粒を乾式圧縮成型機と金型を用いて、トロイダル状に成形圧2ton/cm²で成形した。この成形体を焼成温度1400℃、酸素分圧1%で焼成し、得られた磁心の μ_i （23℃）、-20~100℃における μ_i の最小値、セカンダリーピーク値を基準とした μ_i の劣化率、セカンダリーピーク温度(Ts)、キュリー温度(Tc)を測定した。この結果を表1に示す。なお、表1の備考欄に本範

開のもの、実施例とし、本発明の範囲外のものとは比較
例とした。 * 【0019】

* 【表1】

試料 No.	副成分組成 (wt%)				μi		劣化率 [%]	Tg [℃]	Tc [℃]	備考
	CaO	SiO ₂	CoO	Bi ₂ O ₃	23℃	最小値				
1	0.020	0.010	0.020	0	18200	10100	38	10	120	実施例
2	0.020	0.010	0.030	0	15600	11000	35	2	120	実施例
3	0.020	0.010	0.050	0	12500	12500	19	-9	120	実施例
4	0.020	0.010	0.050	0	11500	11500	18	-15	120	実施例
5	0.020	0.010	0.120	0	10800	10700	21	-30	120	実施例
6	0.002	0.005	0.090	0	13700	13300	25	-7	120	実施例
7	0.010	0.005	0.050	0	13000	12800	18	-8	120	実施例
8	0.040	0.002	0.090	0	10900	10700	16	-11	120	実施例
9	0.002	0.015	0.090	0	10500	10200	22	-7	120	実施例
10	0.020	0.010	0	0	20200	8500	51	30	120	比較例
11	0.020	0.010	0.150	0	10100	9500	26	-40	120	比較例
12	0.050	0.002	0.090	0	8500	8300	20	-14	120	比較例
13	0.002	0.020	0.050	0	10000	8100	38	-5	120	比較例

【0020】表1からわかるとおり、本発明の実施例は、-20~100℃におけるμiが10,000以上であった。また本発明の実施例は、セカンダリーピーク値を基準としたμiの劣化率も40%以下であり、劣化率も小さい。これに対し各比較例では、試料No. 10は、CoOが0wt%であり、μiの最小値が8500と低く、劣化率も61%と大きい。試料No. 11は、CoOが0.15wt%と多く、試料No. 12は、CaOが0.05wt%と多く、試料No. 13は、SiO₂が0.02wt%と多く、いずれもμiが低くなっている。

【0021】実施例2

Fe₂O₃、MnO(Mn₃O₄を使用)、ZnOを表2に示すような主成分組成をもつ原料を混合し、これを空气中において850℃で2時間仮焼した。これに、CaO (CaCO₃を使用) 0.020重量%、SiO₂ ※

※0.010重量%、表2に示すようなCoOを含有するように添加し、分量含有する原料を作製、これを空气中において850℃で2時間仮焼し、ボールミルにて8時間混合粉碎した。これに原料に対して1wt%のバインダ(ポリビニルアルコール)を加え、スプレードライヤにて造粒し、整粒した顆粒を乾式圧縮成型機と金型を用いて、トロイダル状に成形圧2ton/cm²で成形した。この成形体を焼成温度1400℃、酸素分圧1%で焼成し、得られた磁心のμi(23℃)、-20~100℃におけるμiの最小値、セカンダリーピーク値を基準としたμiの劣化率、セカンダリーピーク温度(Ts)、キュリー温度(Tc)を測定した。この結果を表2に示す。

【0022】

【表2】

試料 No.	主成分組成 (mol%) (wt%)				23℃	μi 最小値	劣化率 [%]	Ts [℃]	Tc [℃]	備考
	Fe ₂ O ₃	MnO	ZnO	CaO						
14	52.0	23.0	25.0	0.050	14500	13200	18	-5	110	実施例
15	52.8	26.2	21.0	0.050	11800	10300	28	-10	145	実施例
16	63.2	27.9	19.0	0.050	8900	8000	42	-12	165	比較例
17	52.4	23.4	24.0	0	10000	8400	43	-8	120	比較例

※ ZnOが25モル%を超えるとTcが100℃以下となるため、範囲外となる。

【0023】表2に示すとおり、本発明の実施例は、-20~100℃におけるμiが10,000以上であった。また本発明の実施例は、セカンダリーピーク値を基準としたμiの劣化率も40%以下であり、劣化率も小さい。これに対し各比較例は、試料No. 16は、ZnOが19モル%であり、μiが低く、劣化率も42%と大きい。試料No. 17は、CoOが0wt%であり、μiの最小値が低く、劣化率も43%と大きい。

【0024】また、試料No. 3(実施例)、試料No. 17(比較例)、および試料No. 10(比較例)のμiの温度特性を図1に示す。この図1からもわかるとおり本発明の実施例は、広い温度範囲(-20~100℃)でμiが高く、使用環境条件により-10~70℃における温度保証が必要とされるパルストランスに適した磁心を得ることができる。つまり、従来の高透磁率材は、試料No. 10のような温度特性を有しており、20℃以上の領域では高透磁率を示すが、20℃以下、特にマイナス★50

★側になると極端にμiが低下していた。このことを改善するために、μiのセカンダリーピークの温度をマイナス側に移動させた組成が試料No. 17である。このように、組成を変更することにより、マイナス側のμiを向上させることができる。しかし、この試料No. 17では、逆にμiのうねり(温度による変化)が大きく、20℃~40℃付近で著しくμiが低下していた。これに対し、本発明では、マイナス側で高透磁率を維持しつつ、20℃~40℃付近のμiを向上させることが出来ている。そして、広い温度範囲で高透磁率(10,000以上、又は12,000以上)を得ており、劣化率も少ない優れた材料である。

【0025】実施例3

Fe₂O₃ 52.2mol%、MnO(Mn₃O₄を使用) 23.8mol%、およびZnO 24.0mol%を主成分とし、これにCaO (CaCO₃を使用)、SiO₂、CoO、Bi₂O₃を表3に示す分量

含有する原料を作製、これを空気中において850℃で2時間仮焼し、ボールミルにて8時間混合粉碎した。これに原料に対して1wt%のバインダ（ポリビニルアルコール）を加え、スプレードライヤにて造粒し、整粒した顆粒を乾式圧縮成型機と金型を用いて、トロイダル状に成形圧2ton/cm²で成形した。この成形体を焼成温度1400℃、酸素分圧1%で焼成し、得られた磁*

*心の μ_i (23℃)、-20~100℃における μ_i の最小値、セカンダリーピーク値を基準とした μ_i の劣化率、セカンダリーピーク温度(Ts)、キュリー温度(Tc)を測定した。この結果を表3に示す。

【0026】

【表3】

試料 No.	主成分組成 (wt%)				μ_i		劣化率 [%]	Ts [℃]	Tc [℃]	備考
	CaO	SiO ₂	CoO	Bi ₂ O ₃	23℃	最小値				
17	0.020	0.010	0.090	0.010	12900	12000	17	-10	120	実施例
18	0.020	0.010	0.090	0.020	13200	12500	17	-8	120	実施例
19	0.020	0.010	0.090	0.020	12300	12200	14	-18	120	実施例
20	0.020	0.010	0.090	0.040	13900	13300	18	-11	120	実施例
21	0.020	0.010	0.090	0.090	14400	13800	20	-10	120	実施例
22	0.020	0.010	0.090	0.080	11000	9300	33	0	120	比較例

【0027】表3に示すとおり、本発明の実施例は、-20~100℃における μ_i が12,000以上であった。また本発明の実施例は、セカンダリーピーク値を基準とした μ_i の劣化率も20%以下であり、劣化率も小さい。このように、本発明の実施例は、極めて優れた特性を有している。これに対し比較例（試料No. 22）は、Bi₂O₃が0.08wt%であり、 μ_i が低く、劣化率も大きい。

【0028】実施例4

Fe₂O₃、MnO(Mn₃O₄を使用)、ZnOを表4に示すような主成分組成をもつ原料を混合し、これを空気中において850℃で2時間仮焼した。これに、CaO(CaCO₃を使用)0.020重量%、SiO₂0.010重量%、Bi₂O₃0.020重量%、表※

※4に示すようなCoOを含有するように添加し、分量含有する原料を作製、これを空気中において850℃で2時間仮焼し、ボールミルにて8時間混合粉碎した。これに原料に対して1wt%のバインダ（ポリビニルアルコール）を加え、スプレードライヤにて造粒し、整粒した顆粒を乾式圧縮成型機と金型を用いて、トロイダル状に成形圧2ton/cm²で成形した。この成形体を焼成温度1400℃、酸素分圧1%で焼成し、得られた磁心の μ_i (23℃)、-20~100℃における μ_i の最小値、セカンダリーピーク値を基準とした μ_i の劣化率、セカンダリーピーク温度(Ts)、キュリー温度(Tc)を測定した。この結果を表4に示す。

【0029】

【表4】

試料 No.	主成分組成 (mol%)				μ_i		劣化率 [%]	Ts [℃]	Tc [℃]	備考
	Fe ₂ O ₃	MnO	ZnO	CoO	23℃	最小値				
23	51.8	23.2	25.0	0.06	14000	13800	16	-15	120	実施例
24	52.6	24.4	23.0	0.07	12700	12400	18	-13	130	実施例
25	53.0	25.0	22.0	0.06	12200	12200	18	-12	140	実施例

【0030】表4に示すとおり、本発明の実施例は、-20~100℃における μ_i が12,000以上であった。また本発明の実施例は、セカンダリーピーク値を基準とした μ_i の劣化率も20%以下であり、劣化率も小さい。このように、本発明の実施例は、極めて優れた特性を有している。

【0031】本発明によれば、-20~100℃における初透磁率が10,000以上の高透磁率Mn-Zn系フェライトを得ることが出来、更にそのMn-Zn系フェライトにおいて、セカンダリーピークの初透磁率を基準とした-20~100℃における初透磁率の劣化率（温度範囲内の最小値との差）が40%以内という透磁率の劣化の小さい高透磁率Mn-Zn系フェライトを得ることができる。

【0032】また本発明によれば、-20~100℃における初透磁率が12,000以上の高透磁率Mn-Zn系フェライトを得ることが出来、更にそのMn-Zn系フェライトにおいて、セカンダリーピークの初透磁率を基準とした-20~100℃における初透磁率の劣化★50

★率（温度範囲内の最小値との差）が20%以内という透磁率の劣化の極めて小さい高透磁率Mn-Zn系フェライトを得ることができる。

【0033】このように、本発明によれば、広い温度範囲（-20~100℃）で高透磁率であって、しかもその温度範囲内での透磁率の劣化も少ない優れた材料であり、例えば、通信機器に組み込まれるパルストランス用磁心として用いた場合、優れたパルストランスを得ることができる。つまり、過酷な環境下で高いインピーダンスを確保することができる。しかも巻線数を増やす、又磁心を大型化することなく、優れたパルストランスを得ることができる。

【0034】

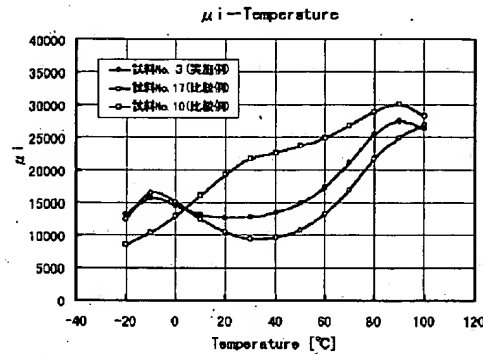
【発明の効果】 本発明によれば、広い温度範囲（-20~100℃）で高透磁率なMn-Zn系フェライトを得ることができる。また本発明に係わる高透磁率Mn-Zn系フェライトを使用したパルストランス用磁心は、環境温度の変化（-10~70℃）に対して、従来のように低温側（20℃以下）の μ_i の低下を加味して必要以

上に μ_i の高い材料を選定する必要がなく、巻線数によるコストの削減やトランスの小型化が可能になり、極めて優れた効果を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に係る実施例と比較例の μ_i の温度特性である。

【図 1】



【手続補正書】

【提出日】平成11年3月24日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 例えば、ISDNのS/T点インターフェースに使用されるパルストランスでは、その回線側のインダクタンスを20mH確保することが、ITU-T I.430に定めるインピーダンス

スマスクを満たすための必須条件となる。また、その使用される装置には、PHS基地局や光回線終端装置(ONU)のように屋外に設置されるものがあり、少なくとも-10~70℃における温度保証が必要となる。ところが、従来の高透磁率Mn-Zn系フェライトの場合、低温側(20℃以下)で初透磁率が著しく低下し、この環境条件下で設計すると低温側でのインピーダンス規格を満たすために、巻線数を増やしたり、必要以上に高い μ_i の材料を用いるといったように非常に非効率になるという問題があった。